

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/005672

International filing date: 28 March 2005 (28.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-107286  
Filing date: 31 March 2004 (31.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 12 May 2005 (12.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 4 年 3 月 3 1 日

出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 1 0 7 2 8 6

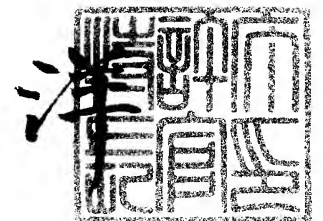
パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号  
J P 2 0 0 4 - 1 0 7 2 8 6  
The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

出 願 人  
Applicant(s): 農工大ティー・エル・オー株式会社

2 0 0 5 年 4 月 2 0 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】	特許願
【整理番号】	1043399
【提出日】	平成16年 3月31日
【あて先】	特許庁長官 今井 康夫 殿
【国際特許分類】	A61K 37/12 D06M 14/06
【発明者】	
【住所又は居所】	東京都府中市幸町3－5－8 東京農工大学 農学部内
【氏名】	野村 義宏
【発明者】	
【住所又は居所】	東京都小金井市中町2－24－16 農工大ティー・エル・オー株式会社内
【氏名】	相原 道郎
【発明者】	
【住所又は居所】	東京都小金井市中町2－24－16 農工大ティー・エル・オー株式会社内
【氏名】	中島 大輝
【特許出願人】	
【識別番号】	801000072
【氏名又は名称】	農工大ティー・エル・オー株式会社
【代理人】	
【識別番号】	100099759
【弁理士】	
【氏名又は名称】	青木 篤
【電話番号】	03-5470-1900
【選任した代理人】	
【識別番号】	100077517
【弁理士】	
【氏名又は名称】	石田 敬
【選任した代理人】	
【識別番号】	100087413
【弁理士】	
【氏名又は名称】	古賀 哲次
【選任した代理人】	
【識別番号】	100117019
【弁理士】	
【氏名又は名称】	渡辺 陽一
【選任した代理人】	
【識別番号】	100082898
【弁理士】	
【氏名又は名称】	西山 雅也
【手数料の表示】	
【予納台帳番号】	209382
【納付金額】	21,000円
【提出物件の目録】	
【物件名】	特許請求の範囲 1
【物件名】	明細書 1
【物件名】	図面 1
【物件名】	要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

可溶化ケラチンの製造方法であって、洗浄し、含水させたケラチン原料をアルカリ溶液中で振とう又は攪拌することによってケラチンを抽出する工程を含んで成ることを特徴とする可溶化ケラチンの製造方法。

【請求項 2】

ケラチン原料が、ケラチンを含む衣類及び布団から成る群から選択されることを特徴とする、請求項 1 に記載の可溶化ケラチンの製造方法。

【請求項 3】

アルカリ溶液が水酸化ナトリウム溶液であることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の可溶化ケラチンの製造方法。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 可溶化ケラチンの製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、可溶化ケラチンの製造方法であって、含水させたケラチン原料をアルカリ溶液中で振とう又は攪拌することによってケラチンを抽出する工程を含んで成ることを特徴とする可溶化ケラチンの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

動物体表面に存在する毛、爪、角又は皮膚を構成しているタンパク質はケラチンであり、その可溶化方法は大きく2つの工程から成る。第一の工程は微粉碎であり、当該工程は、ケラチン原料を各種溶媒中で懸濁した後に乾式又は湿式粉碎器で粉碎する方法（特許文献1～3参照）、液体窒素下で粉碎する方法（特許文献4及び5参照）、高圧下で粉碎する方法、切断機で細切した後に乾式又は湿式の粉碎器で粉碎する方法（特許文献6参照）など、多岐にわたっている。第二の工程は、微細化したケラチンを可溶化する工程であり、還元条件下でタンパク質変性剤又は酵素を用いる方法が主である（特許文献7～14参照）。

【特許文献1】 特開平4-281856号公報

【特許文献2】 特開平4-312534号公報

【特許文献3】 特開2001-302800号公報

【特許文献4】 特公昭61-2416号公報

【特許文献5】 特公昭57-163392号公報

【特許文献6】 特開平5-170926号公報

【特許文献7】 特開平6-336499号公報

【特許文献8】 特開平6-100600号公報

【特許文献9】 特開平6-116300号公報

【特許文献10】 特開平10-291998号公報

【特許文献11】 特開平10-291999号公報

【特許文献12】 特開平7-21061号公報

【特許文献13】 特許第2777196号

【特許文献14】 特許第3283302号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

上述した2つの工程からなる従来の可溶化方法は、調製後の可溶化ケラチンが特有の臭いと色が存在するために高濃度での使用が出来ないという欠点を有していた。この欠点は、可溶化ケラチンを毛髪保護剤等に使用する場合には大きな障害となる。更に、上記方法は前処理としてケラチン原料の粉体化を必要とし、更に抽出操作において加熱処理等を行う結果、煩雑で且つ手間がかかり、その製造コストを低くすることが難しい。これらの理由により、色と臭いが低減化し、且つ簡便に製造されうる可溶化ケラチンが求められている。

【課題を解決するための手段】

【0004】

従来の方法により調製される可溶化ケラチンの臭いと色の原因としては、出発材料として使用される動物の毛等に存在する汚れ、及び還元剤又はタンパク質変性剤が持つ特有の臭いが挙げられる。特に、主要な還元剤であるメルカプトエタノールは刺激臭を有することが知られている。そこで、本発明者は、十分に洗浄されているケラチン原料を用い、これらをアルカリ溶液中で処理した結果、従来のものと比較して臭いと色が低減した可溶化ケラチンを調製することに成功した。

【0005】

上記結果に基づき、本発明は、可溶化ケラチンの製造方法であって、洗浄し、含水させたケラチン原料をアルカリ溶液中で振とう又は攪拌することによってケラチンを抽出する工程を含んで成ることを特徴とする可溶化ケラチンの製造方法を提供する。

#### 【発明の効果】

##### 【0006】

可溶化ケラチンの出発材料として、ケラチン原料、例えばウール100%の衣類、羽毛布団等を洗浄して使用することで、ケラチンの可溶化段階にまで影響を及ぼしうる動物の毛等に存在する汚れや臭いが回避される。更に、特有の臭いを有する還元剤又はタンパク質変性剤の代わりにアルカリ溶液を用いることも、このような効果をもたらす一因である。本発明の方法により臭いと色を低減させて調製される可溶化ケラチンは、化粧品の分野、特に毛髪保護材、入浴剤、シャンプー、リンス等の化粧品基材等に使用されうる。

##### 【0007】

尚、衣類、羽毛布団等の中でも特に古着などのリサイクル品を利用する場合、本来の用途として再利用しえないような規格外の状態となったものであっても、上述のような製品に再生することができるという利点もあり、このことは環境面からも好ましい。更に、本発明の方法は、微粉化工程を必要としないので、可溶化ケラチンを容易に調製することができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

##### 【0008】

本発明の方法は、洗浄済みのケラチン原料を使用することを特徴とする。本発明の方法は、動物の毛、爪、角又は皮膚等のケラチンを含有するあらゆる材料に使用可能であるが、本明細書における「ケラチン原料」は、上記材料を利用する二次製品を意図しており、限定しないが、羽毛布団、枕等の羽毛寝具、ダウンジャケット等の羽毛衣類、ウール製のセーター、マフラー等の羊毛衣類が例として挙げられる。資源の有効活用の観点から、特に上記製品のリサイクル品が好ましい。

##### 【0009】

上記ケラチン原料の洗浄は、各種溶媒、洗剤等により実施されうる。溶媒としては、ドライクリーニングで一般的に用いられている有機溶剤が挙げられ、洗剤は家庭用洗剤として市販されているもので十分であるが、これらのものに限定されない。本発明における洗浄は、衣類等に一般的に適用されるものである。尚、洗浄に用いた溶媒等を除くために、すすぎを十分に行う必要があり、この際には純水を使用することが好ましい。

##### 【0010】

本発明で使用するケラチン原料は、アルカリ溶液で処理する前にあらかじめ含水させておく必要がある。この含水は、ケラチン原料を水に浸すことによって行われうる。尚、上述の洗浄工程を経たケラチン原料は十分に含水していると考えられ、この場合にはケラチン原料を別途含水させる必要はない。

##### 【0011】

本発明の方法で使用するアルカリ溶液はどのようなものであってもよいが、水酸化ナトリウム溶液が処理時間の観点から好ましい。使用されるアルカリ溶液は、対象のケラチン原料の性質等によって適宜選択することができる。

##### 【0012】

ケラチンは、ケラチン原料をアルカリ溶液中で所定時間振とう又は攪拌することによって抽出されうる。当該抽出工程で使用するアルカリ溶液の濃度及び抽出温度条件は、最終製品の純度に影響を及ぼすため、適宜検討することが必要である。尚、抽出の際の温度は、低温下でも行われうるが、抽出時間の観点から室温以上であることが好ましい。

##### 【0013】

上述の抽出工程の後、溶解したケラチンは、中和、ろ過、脱塩等の処理にかけられる。ここで、ろ過は活性炭や珪藻土を用いて行うことができ、脱塩は限外ろ過、イオン交換等を用いて行われうるが、これらに限定されない。当業者であれば、これらの処理を適宜選択することができる。

## 【実施例】

### 【0014】

以下に本発明の実施例を示すが、本発明はこれらに限定されない。

### 【0015】

#### 〔実施例1〕

1:1の重量比となるように加水したケラチン原料（リサイクル羽毛）10gに対し、0.1～1.0規定の水酸化ナトリウム溶液を300mlの割合で添加し、室温で24～72時間振とう抽出を行う。この操作で約30～70%のケラチンが可溶化する。抽出残さを遠心分離またはフィルターで濾過し、その濾液を塩酸で中和する。この工程において使用されうる反応槽及び濃縮槽をそれぞれ図1及び2に示す。

### 【0016】

#### 〔実施例2〕

1:1の重量比となるように加水したケラチン原料（リサイクル羽毛）20gに対し、0.1又は0.2規定の水酸化ナトリウム溶液を300mlの割合で添加し、40℃で24～42時間振とう抽出を行う。この操作で約60～70%のケラチンが可溶化する。

### 【0017】

#### 〔実施例3〕

実施例1で調製した加水分解ケラチンの分子量を高速液体クロマトグラフィーで推定した。条件は以下の通りである。装置には東ソー社製GPC-8020、溶離液は純水、流速0.6ml/min、検出はUV280nmおよびRIで行った。スタンダードとして、既知の分子量のデキストランを用いた。可溶化ケラチンのゲル濾過の結果を図3にまとめた。

### 【0018】

#### 〔実施例4〕

実施例1で調製した可溶化ケラチンの皮膚刺激試験を行った。日本化粧品工業連合会編の安全性評価に関する指針2001年度版に準拠し、モルモットを用いた皮膚感作性について検討した。最初に、15匹のモルモットを用意し、それらを5匹ずつ陰性対照群、陽性対照群及び試験群に分け、感作性物質（それぞれ純水、ジニトロクロロベンゼン、実施例1の可溶化ケラチン）を塗布する個所を剃毛し、当該個所にマジックで印を付けた。純水を除く感作性物質は、あらかじめ所定の濃度（重量%）となるように純水で希釈した。続いて、上記感作性物質をそれぞれ各群のモルモットの皮膚上に付した上記印の端に塗布し、そして皮膚反応について判定した（図4参照）。尚、皮膚反応は、上記指針中の皮膚反応の判定基準に基づき判定した。ここで、判定結果として示されるスコアは、「紅斑なし」をスコア0、「ごく軽度の紅斑」をスコア1というように、赤味の程度が深刻になるにつれ数値が増大するものであり、スコア4まで規定されている。例えば、図4bの陽性対照群は「明らかな紅斑」として認められる程度の赤味を示しており、この場合にはスコア2と判定される。その結果、図4cに示すように、本発明の可溶化ケラチンを塗布した試験群は、0.01～2.0%の濃度でいずれも赤味を示さなかったため、全てスコアが0と判定され（表1参照）、上記濃度における本発明の可溶化ケラチンの安全性が確認された。尚、本発明の可溶化ケラチンが塗布された図4cの試験群において一部赤い部分が認められたが、本発明の可溶化ケラチンを適用した部位とは異なる部位であったため、別の要因により紅化したものと考えられる。

【表 1】

固体No.	2.0%	1.0%	0.5%	0.2%	0.1%	0.05%	0.02%	0.01%
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0	0	0	0	0	0	0	0
3	0	0	0	0	0	0	0	0
4	0	0	0	0	0	0	0	0
5	0	0	0	0	0	0	0	0

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図 1】 図 1 は、ケラチンの可溶化において使用されうる反応槽を示す。

【図 2】 図 2 は、可溶化されたケラチンのろ過及び濃縮に使用される、フィルター及び濃縮槽を示す。

【図 3】 図 3 は、可溶化ケラチンのゲルろ過の結果を示す。

【図 4】 図 4 は、調製した可溶化ケラチンの皮膚刺激試験結果を示す。a～c の図は、それぞれ陰性対照群、陽性対照群、試験群を表し、図中の番号は感作性物質の濃度を表す（1：2.0%、2：1.0%、3：0.5%、4：0.2%、5：0.1%、6：0.05%、7：0.02%、8：0.01%）。



図1

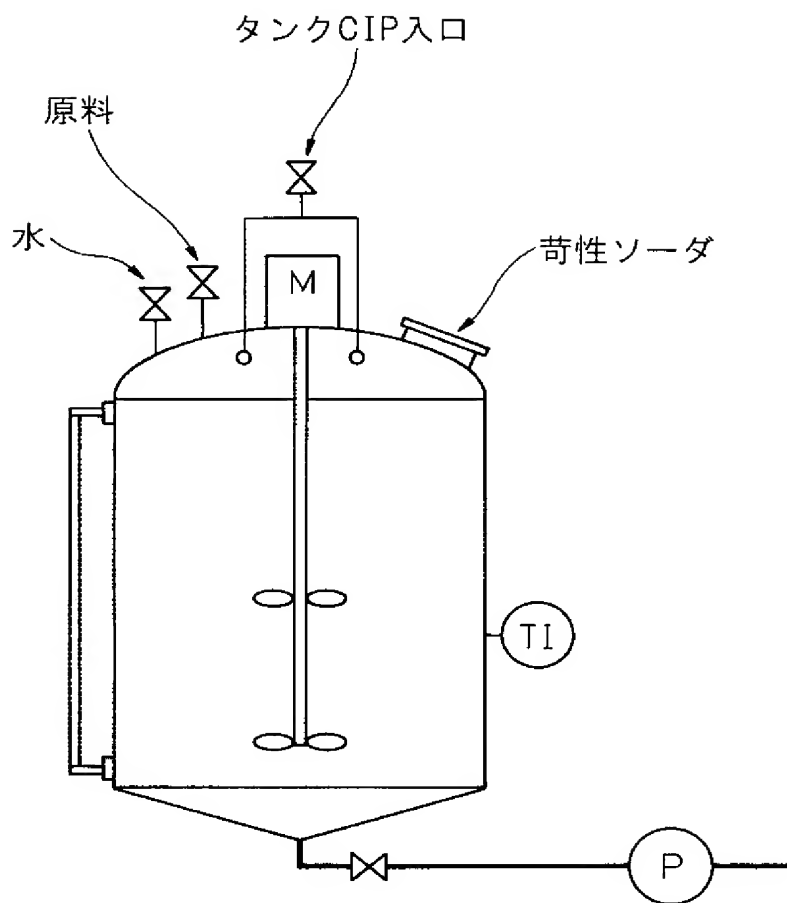


图 2

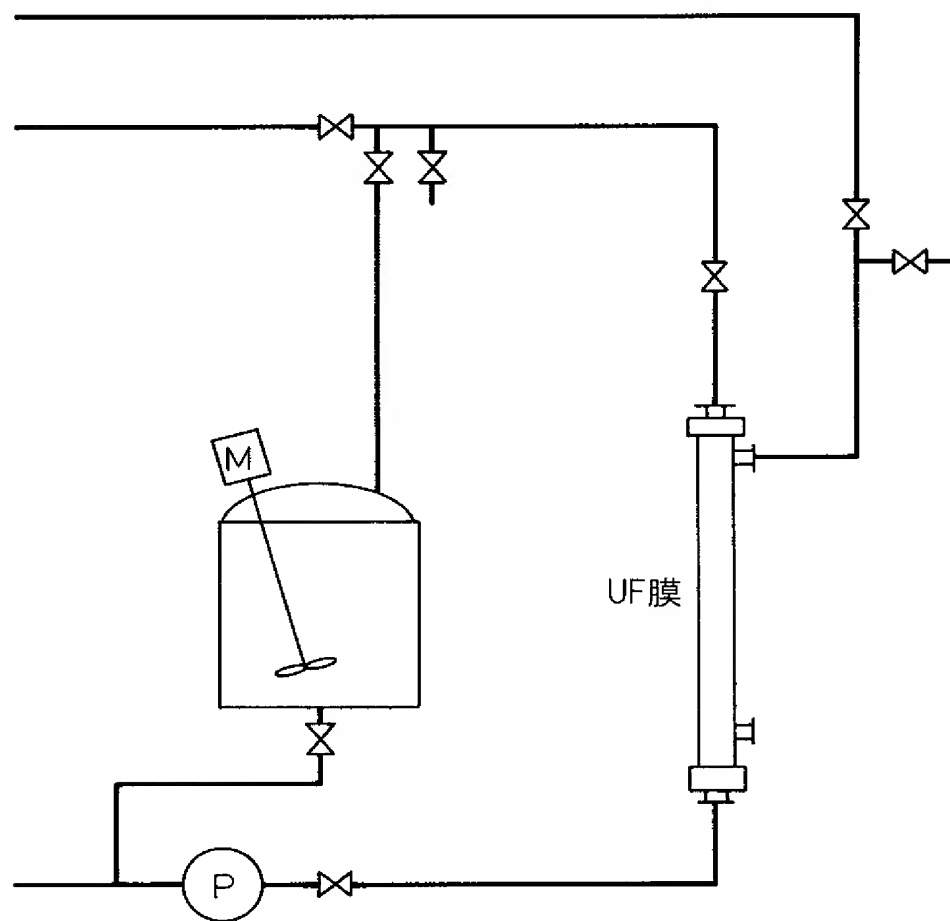
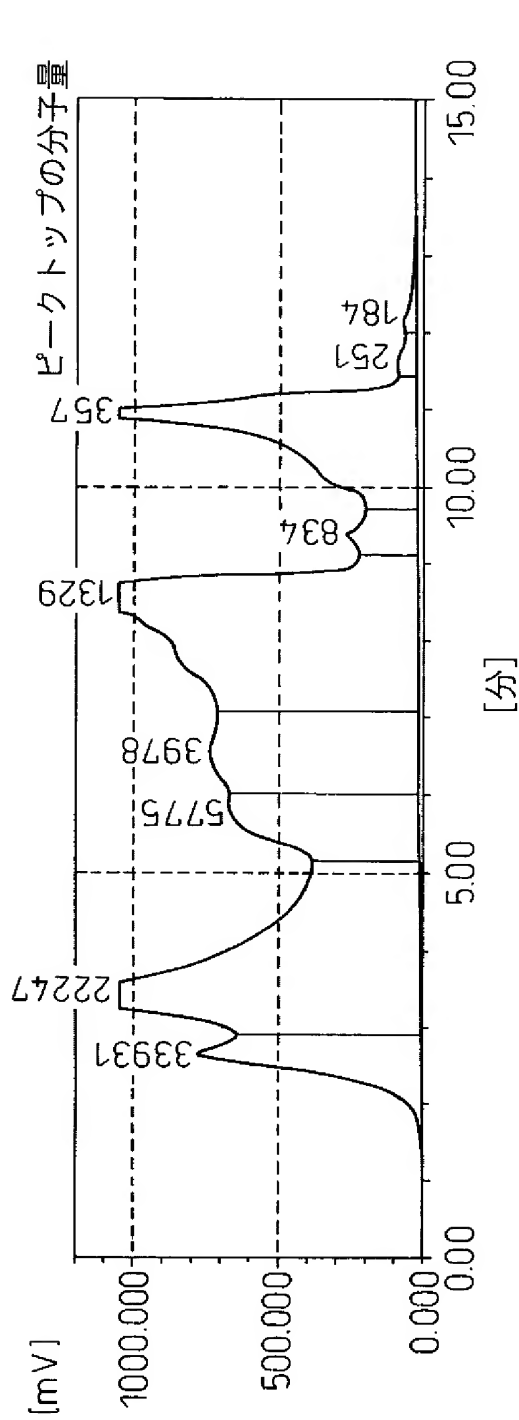


図3



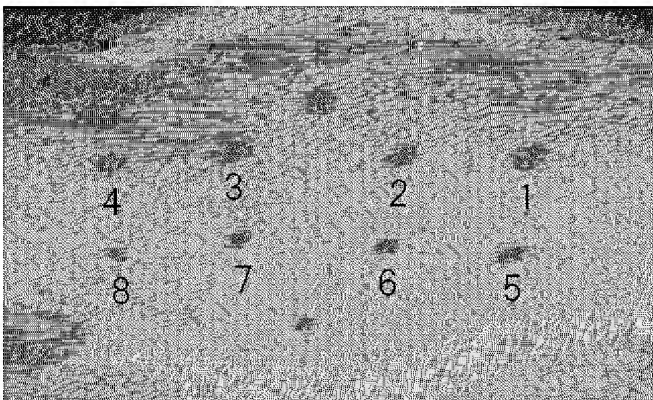
<Ch1 分子量計算結果>  
全体

	[分]	[mV]	[MOL]		
ピークスタート :	0.57	0.152	104,675	Mn	1,530
ピークトップ :	3.24	1,048.574	24,287	Mw	9,074
ピークエンド :	14.32	28.912	55	Mz	21,725
				Mz+1	28,474
				Mv	9,074
				Mz/Mw	2,394
				Mw/Mn	5,930
				Mz+1/Mw	3,138
面積[mV]		340,561.924			
面積比[%]		100.000			
高さ[mV]		5,611.901			
[η]		9,073.62760			

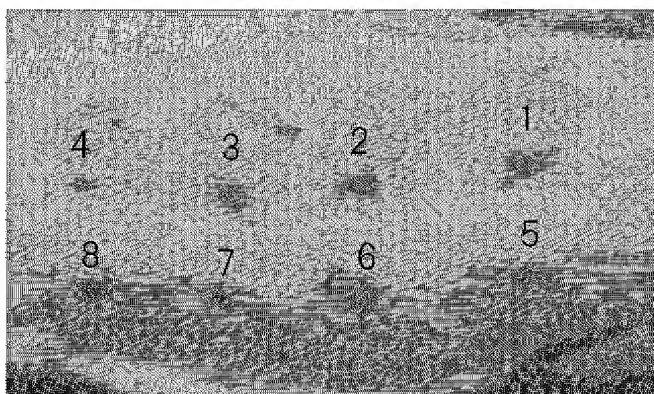
【 図 4 】

図4

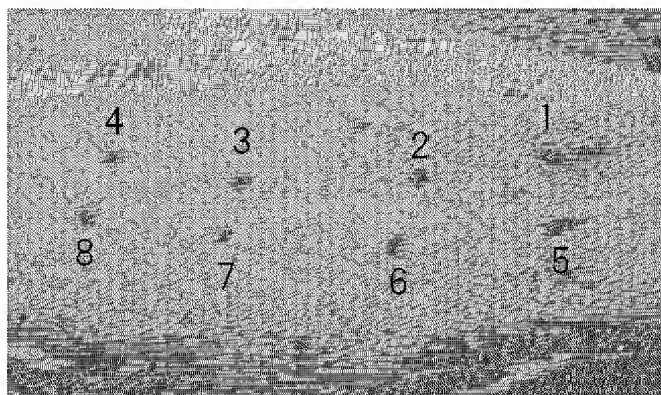
a



b



c



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 色と臭いが低減化し、且つ簡便に製造されうる可溶化ケラチンを提供すること。

【解決手段】 可溶化ケラチンの製造方法であって、洗浄し、含水させたケラチン原料をアルカリ溶液中で振とう又は攪拌することによってケラチンを抽出する工程を含んで成ることを特徴とする可溶化ケラチンの製造方法。

【選択図】 なし

## 出願人履歴

8 0 1 0 0 0 0 7 2

20031107

住所変更

東京都小金井市中町二丁目 2 4 番 1 6 号

農工大ティー・エル・オー株式会社